(51) intCL\*

# (12) 公開特許公報(A)

庁内整理番号

(11)特許出顧公園番号

# 特開平9-194335

技術表示個所

(43)公房日 平成9年(1997)7月29日

	C. CTO COLOR	11 L STT - 2 mm . 3					
7/06			A61K	7/06			
7/11				7/11			
				7/075			
7/08				7/08			
			審査競求	未簡求	請求項の数2	PD	(全7頁
	<b>特額平8</b> -23221		(71)出賦人	0000020	060		
				信越化	学工業株式会社		
(22)出賦日	平成8年(1996)1	月17日	東京都千代田区大手町二丁目6番1号				
			(72)発明者	桑田(	故		
				群馬県	建水郡松井田町;	大学人	11番地10
				信報化	学工業株式会社	シリコー	-ン電子材料
				技術研	充所内		
			(72)祭明者	相比:	<del>87</del>		
				群風風	建水郡松井田町:	炸儿	11番地10
				(BBRC):	学工學株式会社	シリコー	-ン電子材料
				技術研	究所均		
			ma mm		織田 横暉		
	7/11 7/075	7/11 7/075 7/08 <b>冷觀</b> 平8 - 23221	7/11 7/075 7/08	7/11 7/075 7/08 <b>等宣放求</b> <b>特額平8</b> -23221 (71)出版人 平成8年(1996) 1月17日 (72)発明者	7/11 7/075 7/08 7/08 \$ 全额求 未踏录 \$ 令额平8-23221	7/11 7/075 7/08 7/08 \$	7/11 7/075 7/08 7/08 **変数求 未熟求 請求項の数2 PD 特額平8-23221 (71)出國人 000002060 何認化学工業株式会社 東京都千代田区大手町二丁目( 772)発明者 桑田 敏 郭馬県碓氷郡松井田町大字人 「信銘化学工業株式会社シリコー 技術研究所内 (72)発明者 根本 幸子 郭馬県碓氷郡松井田町大字人 「信銘化学工業株式会社シリコー 技術研究所内

## (54) 【発明の名称】 毛髪化粧料

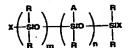
## (57)【要約】

【課題】 製品の安定性が良く、毛髪に遵やかさ、しな やかさ、滑り性、しっとり感を与えることができる毛髪 化粧料の提供。

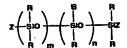
政別配号

【解決手段】 下配化1で表されるオルガノボリシロキサンを含有してなる毛髪化粧料。

## 【化1】



R<sup>1</sup> 及びR<sup>2</sup> の合計量は斯る基中の全NHの30モル% 以上であり、R<sup>3</sup> は炭素数1~4の2値炭化水素基、a は0~4の整数、R<sup>2</sup> は水素原子または炭素数1~8の 1値炭化水素基、アシル基から選択される1値の基、b は2~20の整数、cは1~10の整数、R<sup>2</sup> は水素原 子または炭素数1~8の1値炭化水素基である。



【化3】

H<sub>2</sub>C—CHCH<sub>2</sub>(OC<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>b</sub>(OC<sub>8</sub>H<sub>8</sub>)<sub>b</sub>OR<sup>8</sup>

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記化1で表されるオルガノポリシロキ サンを含有してなる毛髪化粧料:

【化1】

$$x \left( \begin{array}{c} R \\ SIO \end{array} \right) \left( \begin{array}{c} A \\ SIO \end{array} \right) \left( \begin{array}{c} R \\ SIO \end{array} \right) \left( \begin{array}{c} R \\ SIO \end{array} \right)$$

但し、式中のRは炭素原子数1~20の1価の炭化水素 芸、Aは下記式(1)で表される1価の基、XはR、A 又は下記式(3)で表される1価の基、mは5~500の正数、nは0~100の正数であり、n=0の場合Xの少なくとも1個はAである:

(1)-R1-(NR2-R3), -NR4R5

但し、式中の $R^1$  は炭素原子数 $1\sim 8$ の2価の炭化水素 茲、 $R^2$  、 $R^4$  及び $R^6$ は盥素原子に直結する水素原子 あるいは下記式(2)で表される1価の基であって、式(2)で表される基が $R^2$  、 $R^4$  及び $R^6$  の合計量の30モル%以上であり、 $R^3$  は炭素原子数 $1\sim 4$ の2価の 炭化水素基、aは $0\sim 4$ の整数である;

(2) -CH<sub>2</sub>CH(OH) CH<sub>2</sub>(OC<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>8</sub>(OC<sub>2</sub>H<sub>6</sub>)<sub>6</sub> CR<sup>6</sup> 但し、式中のR<sup>6</sup> は水素原子または炭素原子数1~8の 1 値の炭化水素基、及びアシル基から選択される1 値の 装であり、bは2~20の整数、cは0~10の整数で

#### ある: (3)-OR7

但し、式中のR<sup>7</sup> は水楽原子または炭素原子数1~8の 1価の炭化水素基である。

【節求項2】 化1で表されたオルガノボリシロキサン が、下配化2で表されるオルガノボリシロキサンと下配 化3で表されるボリオキシアルキレングリシジルエーテ ルとの反応生成物である、簡求項1に配載された毛髪化 飲料:

### [4:2]

$$Z \xrightarrow{\begin{pmatrix} \mathbf{R} \\ \mathbf{S} \mathbf{IO} \end{pmatrix}_{\mathbf{R}}} \begin{pmatrix} \mathbf{S} \mathbf{IO} \\ \mathbf{S} \mathbf{IO} \\ \mathbf{R} \end{pmatrix}_{\mathbf{R}} \begin{pmatrix} \mathbf{R} \\ \mathbf{S} \mathbf{IZ} \\ \mathbf{R} \end{pmatrix}_{\mathbf{R}}$$

但し、式中のRは炭素原子数 $1\sim20$ の1価の炭化水素 
基、Bは下配式(4)で表される1価の甚、ZはR、B 
又は-0R?(但し、F)は水素原子又は炭素原子数 $1\sim8$ の1価の炭化水素基である)で表される1価の恙、mは $\sim500$ の正数、nは $0\sim100$ の正数であり、n=0の場合2の少なくとも1個はBである;

### (4) -R1-(NH-R3) a -NH2

但し、式中のR<sup>1</sup> は炭素原子数1~8の2価の炭化水 業、R<sup>3</sup> は炭素原子数1~4の2価の炭化水素基であ り、aは0~4の整数である; 【化3】

但し、式中のR<sup>6</sup> は水奈原子または炭条原子数1~8の 1価の炭化水紫基、及びアシル基から選択される1価の 基であり、bは2~20の整数、cは0~10の整数で ある。

#### 【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は毛髪化粧料に関し、 特に、水への分散性に優れた特殊なオルガノポリシロキ サンを必須成分として含有する毛髪化粧料に関する。 【0002】

【従来の技術】毛髪は、ブラッシング、洗髪などによる 機械的損傷、及び太陽光線、ドライヤー、パーマネント ウェーブなどによる物理的、または、化学的な損傷を受 け易いため、これらの損傷から毛髪を保護するために、 従来から、椿油、オリブ油などの植物は、ラノリン、牛 間などの動物油、ワセリン、パフィンなどの動物油ま たは合成油などを、直接またはエマルジョン若しくは溶 螺に溶解して整髪料とすることが行われいる。

【0003】近年、オルガノボリシロキサンが、毛髪に 健やかさ、しなやかさ、滑り性、及びしっとり感等を与 えることが見い出されたことから、それを添加した種々 の毛髪化粧料が実用化されてきている。例えば、ジメチ ルボリシロキサンとジオール機準体または分枝脂肪族ア ルコールからなる毛髪化粧料(特開昭52-47923 号公報)、ボリオルガノシロキサンーボリオキシアルキ レンプロック共取合体と含水エタノール以は無水エタノ ールからなるヘアーコンディショナー組成物(特開昭5 5-136214号公報)等が既に知られている。

【0004】しかしながら、ジメチルボリシロキサンを配合したものは静電気が発生し易く、ゴミが付着し易いという欠点があった。また、ジメチルボリシロキサンをシャンアー、ヘアーコンディショナー、ヘアリンスなどの水性毛髪化粧料に配合すると、製品の安定性が損なわれることがあるという欠点があった。更に、ボリオルガノシロキサンーボリオキシアルキレンブロック共宜合体を配合したものの場合には、毛髪の滑り性付与効果が充分でないという欠点があった。

【0005】一方、(アミノアルキル)メチルポリシロキサンとカチオン界面活性利及び水性キャリヤーからなる毛髪化粧料(特開昭56-45406号公報)、第4級登案含有カチオン性オルガノポリシロキサンを使用する化粧料(特開昭55-66506号公報)、アミノ基及びポリオキシアルキレン基を含有するオルガノポリシロキサンを用いた毛髪化粧料(特公平6-9649号公報)等の、カチオン性の毛髪化粧料も開発されている。しかしながら、これらの化粧料はある程度の効果が

認められているに過ぎず、未だ、満足できるものではなかった。

#### [0006]

【発明が解決しようとする課題】そこで、本発明者らは、より優れた毛髪化粧料を開発するために観窓検討した結果、特定のオルガノボリシロキサンと、特定のボリオキシアルキレングリシジルエーテルとの反応によって得られるオルガノボリシロキサンが、毛髪への吸容性に優れていると同時に、親木性に喜み、水性化粧料としたときの安定性が改善さとと見い出し、本発明に至った。従って、本発明の目的は、毛髪に壁やかさ、しなやかさ、滑り性、及びしっとり感等を与えることがでると共に、製品の安定性に優れた毛髪化粧料を提供することにある。

#### [0007]

【課題を解決するための手段】本発明の上配の目的は、 下配化4で表されるオルガノポリシロキサンを含有して なる毛髪化粧料によって達成された。

[(24)

但し、式中のRは世衆原子数 $1\sim20$ の1価の炭化水素 基、Aは下記式(1)で表される1価の基、XはR、A 又は下記式(3)で表される1価の基、mは $5\sim500$ の正数、nは $0\sim100$ の正数であり、n=0の場合Xの少なくとも1個はAである。

[0008] (1)-R1-(NR2-R3), -NR+R5

但し、式中のR<sup>1</sup> は炭素原子数1~8の2価の炭化水素 荔、R<sup>1</sup>、R<sup>1</sup> 及びR<sup>1</sup> は穀素原子に直結する水素原子 あるいは下記式(2)で表される1価の基であって、式(2)で表される基がR<sup>1</sup>、R<sup>1</sup> 及びR<sup>1</sup> の合計量の30モル%以上であり、R<sup>2</sup> は炭素原子数1~4の2価の 炭化水素基、aは0~4の整数である。aが4を燃えると合成が困難となる。

### [0009]

(2) -CH<sub>2</sub>CH(CH)CH<sub>2</sub>(OC<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>6</sub>(OC<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>6</sub>(OR<sup>6</sup> 個し、式中のR<sup>6</sup> は水素原子または炭素原子数1~8の1価の炭化水素基、及びアシル基から選択される1価の基であり、bは2~20の整数、cは0~10の整数である;

### (3)-087

但し、式中の $\mathbf{R}^{7}$  は水案原子または炭業原子数 $1\sim8$ の1価の炭化水素基である。

【0010】前記化4中のRの具体例としては、メチル 苺、エチル苺、プロビル苺、ブチル苺、ペンチル苺、ヘキシル苺、ヘアチル苺、オクチル苺、デシル苺、ドデシル苺、テトラデシル基、オクタデシル基等のアルキル

基: ビニル基、アリル基等のアルケニル基: シクロペンチル基、シクロヘキシル基等のシクロアルキル基: 及び、フェニル基、トリル基、ナフチル基等のアリール基、またはこれらの基の炭素原子に結合した水素原子があがらにハロゲン原子で置換された基等が挙げられる。 【0011】本発明においては、Rは特にメチル基であることが好ましい。更にXが-OR7である場合における1価の炭化水素基R7の具体例としては、メチル基、

エチル基、プロビル基、ペンチル基、ヘキシル基、オク

チル苺、フェニル苺等が挙げられる。

【0012】化4中のmは5~500の正数であり、特に10~100の正数であることが好ましい。mが5より小さくなると、毛髪に対する酸やかさや滑り性付与効果が乏しいものとなり、500より大きくなると、水性の毛髪処理剤に配合した場合の、製品の安定性が低下する。また、nは0~100匹数であり、特に0.5~10の正数であることが好ましい。nが100より大きくなると毛髪に対する酸やかさや滑り性付与効果が低下する。

【0013】化4におけるR!は、メチレン基、ジメチレン基、トリメチレン基、及びテトラメチレン基などのアルキレン基であることが好ましく、特にトリメチレン基であることが好ましい。また、R!の具体例としては、メチレン基、ジメチレン基、トリメチレン基、及びテトラメチレン基などのアルキレン基が挙げられるが、本発明においては、特にジメチレン基であることが好ましい。

【0014】また、R<sup>1</sup>、R<sup>4</sup>及びR<sup>5</sup>は登業原子に直結する水業原子あるいは上記式(2)で表される1価の基であって、式(2)で表される基がR<sup>1</sup>、R<sup>4</sup>及びR<sup>5</sup>の合計量の30モル%以上であり、対に50モル%以上であることが好ましい。30モル%より小さいと水性毛髪処理和への分散性が低下するためである。

【0015】また、bは2~20の整数であり、特に3~10であることが好ましい。bが2より小さくなると水性の毛髪化粧料への分散性に乏しいものとなり、20より大きいと滑り性付与効果に劣るものとなるためである。また、cは0~10の整数であり、特に0~5であることが好ましい。cが10より大きいと水性の毛髪化粧料への分散性に乏しいものとなるためである。

【0016】また、R®の具体例としては、水素原子: メチル苺、エチル苺、プロビル苺、ブチル苺、ペンチル 甚、ヘブシル苺、オクチル基等のアルキル苺: アセチル 基、ペンゾイル基等のアシル苺などが挙げられるが、本 発明においては特に、メチル苺、ブチル苺、アセチル苺 が好ましい。

【0017】本発明における前配化4で表されたオルガノボリシロキサンは、下配化5で表されるオルガノボリシロキサンと下配化6で表されるボリオキシアルキレングリシジルエーテルとの反応により得ることができる。

【化5】

但し、式中のRは前配化4におけるRと同じであり、B は下記式(4)で表される1価の基、ZはR、B又は前 記式(3)で表される基、mは5~500の正数、nは 0~100の正数であり、n=0の場合には、Zの少な くとも1個はBである。

(4) -R1-(NH-R3) a -NH2

但し、式中のR<sup>1</sup>、R<sup>3</sup>及びaは前配化4における

R<sup>1</sup> 、R<sup>3</sup> 及びaと同じである。 【0018】 【化6】

但し、式中のR<sup>6</sup> 、b及びcは前配化4におけるR<sup>6</sup> 、 b及びcと同じである。

【0019】本発明で使用する上配化5で表されるオルガノポリシロキサンの具体例としては、例えば、下配化7で表される化合物を挙げることができる。

(化7)

但し、式中のm及びnは前配化4におけるm及びnと同じである。

【0020】本発明で使用する前配化6で表されたポリ

オキシアルキレングリシジルエーテルの具体例としては、例えば下配化8で表される化合物を挙げることができる。

(化8)

但し、式中のb及びcは前配化4におけるb及びcと同 とである。

【0021】本発明においては、必須とされるオルガノボリシロキサンの毛髪化粧料中の含有量は0.01~10重量%であることが好ましく、特に、0.1~5重量%であることが好ましい。また、その添加方法は、必要に応じて更に添加する油成分、界面活性剤と共に、水中に乳化させる方法、アルコール溶液あるいは水溶液に添加配合する方法、油成分、粉体と共に混合する方法等、シャンアー、乳液、整髪料等の製品の形態に従って選択する。

【0022】本発明の毛髪化粧料は前記化4で表されたオルガノボリシロキサンを必須成分とするが、更に、その用途に応じて、各種の非イオン性界面活性剤、両イオン性界面活性剤、ワックス類、植動物油及び各種粉体等の成分を適宜添加しても良い。例えば、脂肪酸石鹸、アルキルベンゼンスルホネート、アルキルスルフェート、アルキルエーテルスルフェート、メナルタウライド及び脂肪酸アルカノールアミドなどを含有する成分が挙げられる。

【0023】また、本発明の毛髪化粧料を人や動物の髪用シャンプーに用いる場合には、上配添加物として、脂肪アルコール又は脂肪アルコールエトキシレートを使用することが好ましく、特にラウリル及びミスチルアルコールから誘導されるもの、及びこれらの塩であることが好ましい。このような塩としては、例えばラウリル硫酸ナトリウム、ラウリルエーテル硫酸ナトリウム、ラウリルなア・スティールアミンラウリルスルフェート、そび、ラウリルエトキシスルポコハク酸2ナトリウムをどが挙げられる。

【0024】本発明の毛髪化粧料は、その構造中にアミノ基及びポリオキシアルキレン基を含有する特定のオルガノポリシロキサンを使用しているため、その製品形態に依らず、毛髪に、睫やかさやしなやかさ、滑り性、及

びしっとり窓を与えることができる。毛髪化粧料の形態としては、水溶液、エマジョン、エアゾール、固形、ペースト、粉末等とすることができ、用途としては、シャンプー、ヘアリンス、アフターシャンプー、コンディショナー、ヘアコンディショナー、セットローション、ブロースタイリングローション、プレシャンプー・トリートメント、ヘアスプレー、ヘアスタイリングジェル、ヘアダイ、ヘアブルーチ、パーマネントウェーブ第1 剤、パママネントウェーブ第2 剤、及び、染毛剤、ヘアーリキッド、ヘアートニック等の整髪剤が挙げられる。【0025】

【実施の形態】本発明の毛髪化粧料は、前配化4で表されるオルガノボリシロキサンを、必要に応じて加える公知の添加剤や溶剤と共に、乳液物や溶液ペースト或いはスプレーとして使用できるように混合興製することによって容易に得ることができる。

#### [0026]

【発明の効果】本発明の毛髪化粧料は、特殊構造のアミノアルキル変性オルガノポリシロキサンを含有しているので製品安定性に優れており、例えば、シャンプーに用いられても経時によって泡立ち性が低下することがない上、処理後の毛髪に、煙やかさ、しなやかさ、滑り性、しっとり窓及び軽いブラッシング性を付与することができる。

## [0027]

【実施例】以下、本発明を実施例によって更に詳述するが、本発明はこれによって限定されるものではない。 又、特に断らない限り、以下に配載する「%」及び「部」は「重量%」及び「重量部」を意味する。尚、粘度は25℃における測定値を示す。

【0028】合成例1. 撹拌装置、温度計、遠流冷却装置及び登案ガス導入管の付いた500mlのセパラブルフラスコに、下配化9で表されるアミノアルキル基合有オルガノボリシロキサンA(分子量2,056)61.7g、下配化10で表されるボリオキシアルキレングリシジルエーテルA(分子量404)36.4g(アミノアルキル基合有オルガノボリシロキサン中の金NHに体して100モル%)、及びイソプロピルアルコール98.0gを仕込み、登累ガスを導入しながら撹拌し、100℃で1時間、低沸点留分の除去を行ったところ、92.8gの、粘度が190cPで下配化11で表されるオルガノボリシロキサン-1が得られた。

[0029]

【化9】

【化10】

但し、式中のRは下記化12で表される基である。 【化12】

【0031】上記化9で表されるアミノアルキル基合有 オルガノボリシロキサンA、快達する比較例1に用いら れるジメチルボリシロキサン、及び、得られたオルガノ ボリシロキサンー1、それぞれ20部に対して1%酢酸 水溶液(酢酸約1当量/鹽素原子)80部中に分散さ せ、得られた木溶液の水分散性を外観観察し、下配の如 く評価した。その結果は表1に示した通りである。 【0032】評価基準:

溶液が透明となるもの・・・・○(水分散性良好) 溶液が懸濁するもの・・・・△(水分散性やや不良) 溶解できなかったもの・・・・・・×(不溶) 【表1】

オルガノポリシロキサン	水分數性
オルガノポリシロキサン-8	0
-2	0
7	0
*	Δ.
ジメチルポリシロキサン	×
オルガノポリシロキサン-A	×

【0033】合成例2. 化10で表されたポリオキシアルキレングリシジルエーテルAの使用量を24.2g(アミノアルキル基合有オルガノポリシロキサンA中の全NHに対し67モル%)とした他は、合成例1と全く同様にして反応を行い、81.0gの、粘度が170cPのオルガノポリシロキサン-2を得た。得られたオルガノポリシロキサン-2について、合成例1と全く同様にして水分散性を評価した結果は表1に示した通りであ

δ.

【0034】合成例3.化9で表されたアミノアルキル基合有オルガノポリシロキサンA51.4gと下配化13で表されるポリオキシアルキレングリシジルエーテルB(分子量650)48.8g(アミノアルキル基合有オルガノポリシロキサンA中の全NHに対し100モル%)とを用いた他は、合成例1と全く円様にして反応を行い、91.0gの、オルガノポリシロキサン-3を得た。得られたオルガノポリシロキサン-3について、合成例1と全く同様にして水分散性を呼信した結果を表1に示した違りである。

(化13)

【0035】合成例4. 化9で表されたアミノアルキル 基含有オルガノポリシロキサンと、下配化14で表されたグリシジルアルコールとを用いた他は、合成例1と全く同様にして反応を行い、オルガノポリシロキサンー4を得た。得られたオルガノポリシロキサンー4について、合成例1と全く同様にして水分散性を評価した結果を表1に示した通りである。

【化14】

【0036】実施例1、2及び比較例1. 袋2に示される組成物を用い、通常の餌毀方法によってシャンプーを 顕製した。得られたシャンプーについて、洗髪時の泡立 ち性、乾燥性、滑り性を観察した結果は同表に示した通 りである。

【表2】

シャンプー

£9	實施例1	實施例2	比較例1
ポリオキシエチレン (3) ラウリルは効ナトリウム	1636	169(	16%
ラウリル破散ジェタノールアミド	496	496	43%
プロピレングリコール	291	29(	296
オルガノポリシロキサン-1	196	-	-
オルガノポリシロキサン-2	-	196	-
ジメテルポリシロキヤン-(200cp)	T -	-	11%
*	77%	77%	77%
海立ち性	鼻杆	Q47	書い
Te .	魚打	鼻杆	AFF
滑り修	0.67	887	Mar.

【0037】実施例3、4及び比較例2. 表3に示され る組成物を用い、通常の餌製方法によってオイルリンス を餌製した。得られたオイルリンスについて、その外

観、毛髪処理、及び乾燥後の毛髪の滑り性について観察 した結果は同衷に示した通りである。

【表3】

オイルリンス

成分	皮焼剤コ	実施別4	比較例2
塩化ステアリルトリメチルアンモニウム	296	296	236
セタノール	196	1%	196
ポリオキシエチレン (3) セチルエーテル	196	196	1%
オルガノがリシロキサン-1	0.5%	_	_
オルガノダリシロキサン-3	- 1	0.5%	-
アミノアルキルる含有ポリシロキサンA	-	-	0.5%
*	95,5%	95.6%	95,5%
組収物の外観	<b>点杆</b>	品好	オイル浮きあり
滑り性	臭行	<b>具好</b>	E.

【0038】実施例5、6及び比較例3. 袰4に示され る組成物を用い、通常の興製方法によってスタイリング ジェルを匈襲した。得られたスタイリングジェルについ て、毛髪処理した時の壁、滑らかさについて観察した結 果は同表に示した通りである。

【表4】

成分	宴館倒 5	實施例6	比較例3
カルボキンピニルポリマー	1%	136	196
<b>ポリピニルピロリドン</b>	1%	196	1%
1、3ープテレングリコール	134	196	194
エタノール	10%	10%	10%
オルガノポリシロキサン-1	196	_	_
オルガノギリシロキサン-2		196	_
オルガノポリシロキサン-4	- 1	_	196
トリエタノールアミン	2.2	建量	3.5
*	茂部	競隊	残寒
<b>12</b>	品行	AF	・ぎらつき大
なめらかき	A#	AFF	べたつきあり